

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2003 年 10 月 30 日 (30.10.2003)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 03/089698 A1

(51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C30B 29/16, 33/00, H01L 29/06

(21) 国際出願番号: PCT/JP03/05062

(22) 国際出願日: 2003 年 4 月 21 日 (21.04.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願2002-117629 2002 年 4 月 19 日 (19.04.2002) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 科学技術  
振興事業団 (JAPAN SCIENCE AND TECHNOLOGY  
CORPORATION) [JP/JP]; 〒332-0012 埼玉県 川口市  
本町4-1-8 Saitama (JP).

(IKUHARA, Yuichi) [JP/JP]; 〒164-0002 東京都 中  
野区 上高田 4-8, 1-503 Tokyo (JP). 山本 剛久 (YA-  
MAMOTO, Takahisa) [JP/JP]; 〒277-0812 千葉県 柏市  
花野井 765-120 Chiba (JP).

(74) 代理人: 西 義之 (NISHI, Yoshiyuki); 〒235-0036 神奈  
川県 横浜市 磯子区 中原 4-26-32-211 西 特許事務所  
Kanagawa (JP).

(81) 指定国 (国内): US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY,  
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC,  
NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

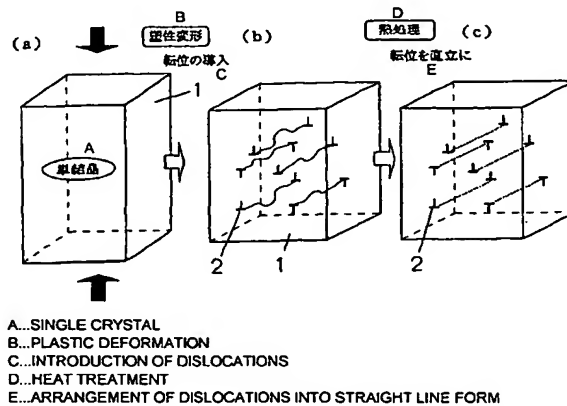
(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 幾原 雄一

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される  
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: SINGLE CRYSTAL MATERIAL HAVING HIGH DENSITY DISLOCATIONS ARRANGED ONE-DIMENSION-  
ALLY IN STRAIGHT LINE FORM, FUNCTIONAL DEVICE USING SAID SINGLE CRYSTAL MATERIAL, AND METHOD  
FOR THEIR PREPARATION

(54) 発明の名称: 高密度転位を一次元に直線上に配列させた単結晶材料、該単結晶材料を用いた機能デバイスおよ  
びそれらの作製方法



(57) Abstract: A single crystal material of a ceramic or a metal having high density dislocations arranged one-dimensionally in the form of a straight line; a functional device using said single crystal material; and methods for preparing them. The above single crystal material is prepared by compressing a single crystal material of a ceramic or a metal from the azimuth of the movement of a single slip at a high temperature, to thereby produce the plastic deformation thereof and introduce high density dislocations into the interior thereof, and then subjecting the resulting material to a heat treatment, to thereby arrange the dislocations one-dimensionally in the form of a straight line. The above material can be used as a device for the high speed pipe diffusion of an ion or an electron. Further, a single crystal device exhibiting exceptional electroconductivity or a quantum wire device can be formed by allowing a metal element to diffuse along the dislocations from the surface of the above single crystal material, and a thin film device such as a molecular sieve film or a carbon dioxide separating film can be prepared by forming nano-holes along high density dislocations through annealing or chemical etching.

[続葉有]

BEST AVAILABLE COPY

WO 03/089698 A1



---

(57) 要約:

本発明は、高密度転位を一次元に直線上に配列させたセラミックスまたは金属の単結晶材料、該単結晶材料を用いた機能デバイス、およびそれらの作製方法に関する。

本発明は、セラミックスまたは金属の単結晶材料を単一すべりが活動する方位から高温で圧縮することによって塑性変形させ、さらに熱処理することにより該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線状に配列して導入する。これをイオンまたは電子の高速パイプ拡散デバイスとすることができる。また、さらに該単結晶材料の表面から拡散処理により転位に沿って金属元素を拡散させると、特異な電気伝導性を有した単結晶デバイスや量子細線デバイスを形成できる。さらに、焼鈍またはケミカルエッチングすることにより高密度転位に沿ってナノホールを形成すると分子篩膜、二酸化炭素分離膜などの薄膜デバイスを製作できる。

## 明 細 書

- 1 高密度転位を一次元に直線上に配列させた単結晶材料、該単結晶材料を用いた機能デバイスおよびそれらの作製方法。

## 技術分野

- 5 本発明は、高密度転位を一次元に直線上に内部に配列させたセラミックスまたは金属の単結晶材料、該単結晶材料を用いた機能デバイス、およびそれらの作製方法に関する。

## 背景技術

- 10 セラミックスや金属などの固体材料の結晶の内部には原子の配列が乱れた微小領域が線状に連続している部分があり、これを転位という。転位は刃状転位と螺旋転位に大別される。この転位は、材料を熔融状態から凝固する際に形成され、また固体材料を塑性変形することなどによって形成される。材料中の転位密度を増大させることによって材料の強度向上を図ることができる。

- 15 電子を2次元に閉じ込めて一次元の運動のみが許容されるようにした構造は量子細線と呼ばれている。転位機構を量子細線の作製に利用する試みとして、単結晶基板上の限られた領域に、基板に対して格子定数が0.2%から5%程度異なる単結晶膜を配し、基板と単結晶膜との異相界面に形成されるミスフィット転位に沿って形成されるエネルギー準位を用いる方法（特許文献1）がある。また、  
20 量子井戸に応力を加えることにより転位現象を発生させる方法（特許文献2）が

1 知られている。

特許文献1 特開平5-218391号公報

特許文献2 特開平11-26888号公報

## 5 発明の開示

これまで、結晶材料の転位についてはその構造、発生機構、運動機構などについて学術的に精力的な研究がなされてきた。その結果、転位論は、材料の塑性加工や強度発現機構などの解釈に重要な役割を果たしてきた。しかし、産業上は、構造材料の強度向上の手段など、その応用は限られていた。そこで、本発明は、  
10 固体結晶内部の転位を利用した量子細線などのナノテクノロジー技術の開発を目的とする。

本発明者は、セラミックスまたは金属の単結晶材料において、その単一すべりが活動する方位から高温圧縮することによって高密度転位を導入し、これを熱処理することによりセラミックスまたは金属の単結晶材料に高密度転位を一次元に  
15 直線上に配列させることができ、この方法を利用して機能デバイスを製作できることを見いだした。

すなわち、本発明は、約 $10^6$ から $10^{14}/\text{cm}^2$ の高密度の転位を一次元に直線上に内部に配列させたセラミックスまたは金属の単結晶材料である。

また、本発明は、上記のセラミックスまたは金属の単結晶材料からなることを  
20 特徴とするイオンまたは電子の高速パイプ拡散デバイスである。

また、本発明は、約 $10^6$ から $10^{14}/\text{cm}^2$ の高密度の転位を一次元に直線上に内部に配列させたセラミックスまたは金属の単結晶材料の転位に沿って、拡

1 散により約  $10^6$  から  $10^{14}$  /  $\text{cm}^2$  の高密度に配列させた金属原子からなる量子細線が形成されたことを特徴とする量子細線デバイスである。

また、本発明は、約  $10^6$  から  $10^{14}$  /  $\text{cm}^2$  の高密度の転位を一次元に直線上に内部に配列させたセラミックスまたは金属の単結晶材料の転位に沿ってナノ  
5 ホール束を形成した薄膜単結晶材料からなることを特徴とする薄膜デバイスである。

さらに、本発明は、セラミックスまたは金属の単結晶材料を単一すべりが活動する方位から脆性-延性 (Brittle-Ductile Transition Temperature, BDTT) 以上の温度から融点近傍までの温度範囲内で圧縮することによって塑性変形させ、さらに絶対温度において融点の半分以上の高温で熱処理することにより該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線上に配列して導入することを特徴とするセラミックスまたは金属の単結晶材料の作製方法である。  
10

また、本発明は、セラミックスまたは金属の単結晶材料を単一すべりが活動する方位から脆性-延性以上の温度から融点近傍までの温度範囲内で圧縮することによって塑性変形させ、さらに絶対温度において融点の半分以上の高温で熱処理することにより該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線上に配列して導入し、さらに、該単結晶材料の表面から拡散処理により転位に沿って金属元素を拡散させることを特徴とする量子細線デバイスの作製方法である。  
15

また、本発明は、セラミックスまたは金属の単結晶材料を単一すべりが活動する方位から脆性-延性以上の温度から融点近傍までの温度範囲で圧縮することによって塑性変形させ、さらに、絶対温度において融点の半分以上の高温で熱処理することにより該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線上に配列して導  
20

1 入し、さらに、該単結晶材料を焼鈍またはケミカルエッチングすることにより高密度転位に沿ってナノホールを形成することを特徴とする薄膜デバイスの作製方法である。

## 5 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の方法を概念的に説明するための模式図である。第2図(a)は、形成された刃状転位を示す模式図、第2図(b)は、他の金属元素を刃状転位に付着させた状態を示す模式図である。第3図は、単結晶材料中の刃状転位に沿って金属を拡散させることによって高密度に配列した金属原子からなる量子細  
1 0 線の模式図である。第4図は、焼鈍またはケミカルエッチングによる刃状転位の選択的エッチングを利用して単結晶材料内部にナノホール束を形成した薄膜デバイスの模式図である。第5図(a)は、実施例1の圧縮方法を示す模式図であり、第5図(b)は、圧縮後に熱処理により導入された刃状転位を示す模式図である。第6図(a)は、実施例1の熱処理前の刃状転位を示す図面代用透過電子顕微鏡  
1 5 写真であり、第6図(b)は熱処理後の刃状転位を示す図面代用透過電子顕微鏡写真である。第7図(a)は、エネルギー分散型X線分光(EDS)像を示す図面代用写真であり、第7図(b)は、第7図(a)のAから得られたEDSスペクトル図であり、第7図(c)は、第7図(a)のBから得られたEDSスペクトル図である。

2 0

## 発明を実施するための最良の形態

第1図は、本発明のセラミックスまたは金属の単結晶材料の作製方法を概念的

1 に説明するための模式図である。まず、第1図(a)に示すように、油圧サーボ式、ボールネジ駆動方式、ACサーボモーター方式などの圧縮試験機を用いて、高温圧縮により圧縮ひずみが1～50%程度となるように単結晶材料1を圧縮し塑性変形させる。この場合、高温とは単結晶材料に転位が導入される温度である脆性－延性(BDTT)以上の温度から該単結晶材料の融点近傍までの温度をいう。

5 この温度範囲は具体的にはアルミナの場合は、1050℃から2040℃、ジルコニアの場合は、650℃から2500℃、マグネシアの場合は、200℃から2770℃であるが、金属では室温でも十分塑性変形し、転位が入る。通常、材料の圧縮加工の限界は圧縮ひずみで50%程度であり、これを超えると転位密度

10 が上がり転位が抜け出てしまう。

なお、以下には刃状転位を形成する場合について説明するが、らせん転位でも原理的には同一手順により高密度の転位を一次元に直線上に配列させることができる。

転位を高密度に、かつ一次元に導入するためには主に主すべり系(一次すべり系)が活動する方位から圧縮する必要がある。主すべり系は結晶の種類によって異なり、ジルコニアの場合は(001)面、アルミナの場合は(0001)面である。結晶の圧縮は、すべり面に剪断応力が作用するように行う必要がある。圧縮軸は主すべり面の法線と圧縮軸の角度を $45^{\circ} \pm 30^{\circ}$ の範囲で選択する。

15 この範囲の角度で圧縮することにより、主すべり系の活動が可能となり、一次

20 元方向性をもった転位をすべり面上に導入することが可能となる。

第5図(a)は、立方晶ジルコニア単結晶の圧縮実験の模式図であるが、この場合は圧縮軸を[112]としており、すべり面の(001)面と $35^{\circ}$ の角度

1 をなしている。この角度は上記の角度範囲に入っている。この方向から圧縮することによって、第5図(b)に示すように、一次元の方向性（実際は第1図(b)に示すように湾曲した刃状転位が導入されるが、高温での熱処理により第1図(c)に示すように直線的になる）を有した転位が導入できる。この手法は塑性変形が  
5 可能であれば、全てのセラミックスや金属の単結晶に適用可能である。

これを、さらに原子拡散が効果的に生じる高温で熱処理すると、第1図(c)に示すように、刃状転位2は一次元に直線上の転位となり、転位密度は $10^7/\text{cm}^2$ 以上の高密度で配列して導入される。この場合の熱処理温度は、具体的にはアルミナの場合は $880^\circ\text{C}$ 以上、ジルコニアの場合は $1100^\circ\text{C}$ 以上、マグネ  
10 シアの場合は $1250^\circ\text{C}$ 以上である。熱処理で転位が直線的になるのは転位自身が線張力を有しているために、曲がっているよりも直線的になった方がエネルギー的に有利になるためであると説明できる。

上記の方法で作製された単結晶材料は、刃状転位が高密度かつ直線上に配列しているため、イオンまたは電子の高速パイプ拡散を利用したデバイスとすることが  
15 できる。なお、パイプ拡散とは転位芯に沿った原子の拡散のことをいう。体拡散と比較して数桁大きい拡散定数である。拡散が体拡散より高速であるということで、高速パイプ拡散という。

第2図(a)は、単結晶材料の結晶格子4の内部に形成された刃状転位2を示す模式図、第2図(b)は、他の金属元素5を拡散処理により刃状転位に付着させた状態を示す模式図である。転位芯にそって拡散させる金属としては、マトリ  
20 クスの単結晶と容易に化合物をつくらない金属、マトリクスの陽イオンに比べてそのイオン半径が2倍以下の金属、たとえば、Ti、Ni、Ag、Cu、Fe、Zn、Mg、Be



1 が挙げられるが、その他の金属も可能である。

金属の添加は以下のように行うことができる。まず、高密度転位が導入された単結晶の表面に金属を真空蒸着法などで蒸着する。これを真空中あるいは不活性ガス雰囲気下で加熱することにより、表面に蒸着された金属がパイプ拡散により  
5 転位芯に沿って拡散して行く。この場合の加熱温度は、各金属の融点の半分より高い温度を選定する。

刃状転位に沿って平行方向に他の金属元素の拡散処理を行うと、第2図(b)に示すように、刃状転位2の形成された単結晶材料は転位に沿った原子配列の乱れがあり、転位が高密度かつ直線上に配列しているため、転位に沿って拡散速度  
10 が速く、より大きなサイズの原子も拡散可能である。このように刃状転位に沿って金属原子を並べることにより、特異な電気伝導性を有した単結晶デバイスの作製が可能となる。

また、この方法を利用して、量子細線を作製することが可能となる。すなわち、第3図に示すように、単結晶材料1の表面から拡散処理によりその内部に刃状転位2に沿って金属原子6を拡散させる。金属は、原子の乱れである刃状転位2に沿って内部まで容易に拡散するが、他の部分には拡散し難い。したがって、高密度に配列させた多数の金属原子6により量子細線が形成されることになり、これを量子細線デバイスとすることができる。

従来の量子細線は、量子細線の全てが固体表面上のみに形成されている。したがって、体積分率が非常に低く、固体デバイスとして用いるのには難があるという問題があった。また、この場合、量子細線は固体の表面に形成されるため、表面に接した部分と外部に露出した部分に影響された電子物性を示す。  
20

1       これに対して、本発明の量子細線は、全ての量子細線が固体結晶内部に埋め込まれているために、固体結晶と量子細線の界面が電子物性発現に寄与する。したがって、用いる単結晶材料の種類および金属種を種々変えることによって、極めて新しい機能を有した量子細線束素子の開発が期待できる。

5       さらに、第4図に示すように、刃状転位を焼鈍またはケミカルエッチングにより選択的にエッチングすることができる。

      刃状転位の芯の部分は結晶内部よりも体積が大きく、換言すればナノオーダーのホールが開いていることになる。このホールの大きさは刃状転位のバーガースベクトルの大きさに依存するが、数オングストローム径程度のホールである。また、  
10    た、刃状転位を結晶の融点の半分以上で熱処理することによって転位がエッチングされてホールの径を大きくすることも可能である。あるいは、溶融KOHなどの化学腐食液に漬けることでも転位がエッチングされて転位に沿ったホール径を制御することができる。これをナノホールと呼ぶが、単結晶内部にナノホール束を形成した薄膜や厚膜を作製すれば、分子篩膜、二酸化炭素分離膜などとしての  
15    応用も可能となる。

      さらに、薄膜や厚膜のかたちでナノホールデバイスを用いることができる。薄膜や厚膜にするには転位束に垂直な方向から精密ダイヤモンドカッターなどで切り出しスライスする方法が採用できる。

#### 実施例

##### 20    (実施例1)

      第5図(a)に模式的に示すように、寸法約5mm×5mm×10mm(高さ)の立方晶ジルコニア単結晶試料を電気油圧式圧縮機を用いてクロスヘッド速

1 度0.005mm/min一定にて、主すべり面の(001)面の法線と圧縮軸  
の角度を55度とし、大気中1300℃で圧縮し、1%塑性変形させた(ひずみ  
量 $\varepsilon = 8.3 \times 10^{-6}$ )。主すべり方向は[110]、圧縮方向は[112]  
5 である。その後、試料を1300℃で1.5時間熱処理した。圧縮後に熱処理に  
より導入された刃状転位を第5図(b)に模式的に示す。

高密度転位を導入したジルコニア単結晶を研磨した後イオンシニング(ion thi  
nning)して薄片化し、転位組織を透過型電子顕微鏡法で観察した。第6図(a)  
は、すべり面に対して平行な方向からみた透過電子顕微鏡写真であり、転位が点  
状に観察される。このことは転位がすべり面に平行に並んでいることを示唆して  
10 いる。これを確認するために、試料を数度傾斜させて観察した写真が第6図(b)  
である。写真より明らかなように、転位が直線上に膜を貫通して並んでいること  
が明確に分かる。以上より、導入された高密度転位は、すべり面に平行な方向に  
一次元、かつ直線上に配列していることが実証された。この場合の転位密度は1  
0<sup>9</sup>/cm<sup>2</sup>であった。

15 1300℃でひずみ量が1%、3%、10%になるように塑性変形した試料の  
[110]方向のイオン伝導率を300℃から642℃の温度範囲で測定した。  
表1に、測定結果を塑性変形していない試料を基準にした電気伝導率の変化率(  
%)で示す。なお、通常はジルコニアの場合は、1000℃位の温度においてイ  
オン伝導率を測定するが、より低温でのイオン伝導が達成できれば産業上大きな  
20 利得があるので上記のように低い温度範囲で測定した。

(表 1)

塑性変形していない試料を基準にした電気伝導率の変化率/%

測定温度/°C	1%	3%	10%
300	+1.35	-3.93	+0.62
301	+3.17	-2.90	+1.85
354	+0.99	-0.44	+3.68
406	+3.12	+3.01	+6.87
456	+3.16	+4.84	+8.01
504	+2.87	+5.34	+8.19
551	+2.55	+6.72	+8.52
597	+3.10	+7.46	+9.14
642	+2.56	+7.51	+8.14
Ea	+0.09	+1.34	+0.90

\*Ea はイオン伝導の活性化エネルギー

表 1 から言えることは、明らかに塑性変形量が大きいほどイオン伝導度が上昇しているということである。また、この傾向は高温での測定ほど顕著になる。変形量の多いほど転位密度が上がる。10%のひずみ量で597°Cでのイオン伝導度は9.14%上昇する。さらに変形量を増やすとさらにイオン伝導度は上がる。

## (実施例 2)

単結晶試料としてアルミナ単結晶（サファイヤ）を用いた以外は実施例 1 と同様にして転位を形成し、これにチタンを真空蒸着し、Ar ガス 1 気圧以下、1400°C、2 時間の保持時間で拡散させた。第 7 図（a）は、チタンを拡散させた後の試料の基準転位直上（円 B）と基準転位から 20 nm 離れた場所（円 A）のエネルギー分散型 X 線分光（EDS）像である。第 7 図（b）は、円 A の場所から得られた EDS スペクトル、第 7 図（c）は、円 B の転位直上から得られた EDS スペクトルある。プローブ径は 1 nm で測定したが、明らかに転位のところのみ 3～5 at% のチタンが存在している。このことは、チタン原子が転位芯に沿

1      って導入されていることを示している。

#### 産業上の利用可能性

5      本発明によれば、単結晶材料の内部の転位を利用した新たなナノテクノロジー  
技術を提供することができ、従来技術のような複雑でコストのかかる手段を用い  
ずに、イオンまたは電子の高速パイプ拡散デバイス、量子細線デバイス、分子篩  
膜、二酸化炭素分離膜などの薄膜デバイス、などの機能デバイスを安価に製作す  
ることが可能となる。

1 0

1 5

2 0

1

## 請 求 の 範 囲

1.  $10^6$  から  $10^{14}$  /  $\text{cm}^2$  の高密度の転位を一次元に直線上に内部に配列させたセラミックスまたは金属の単結晶材料。

5 2. 請求の範囲第1項記載のセラミックスまたは金属の単結晶材料からなることを特徴とするイオンまたは電子の高速パイプ拡散デバイス。

3. 転位に沿って、拡散により  $10^6$  から  $10^{14}$  /  $\text{cm}^2$  の高密度に配列させた金属原子からなる量子細線が形成された請求の範囲第1項記載のセラミックスまたは金属の単結晶材料からなることを特徴とする量子細線デバイス。

10 4. 請求の範囲第1項記載のセラミックスまたは金属の単結晶材料の転位に沿ってナノホール束を形成した薄膜単結晶材料からなることを特徴とする薄膜デバイス。

5. セラミックスまたは金属の単結晶材料を単一すべりが活動する方位から脆性一延性以上の温度から融点近傍までの温度範囲内で圧縮することによって塑性変

15 形させ、さらに、絶対温度において融点の半分以上の高温で熱処理することにより該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線上に配列して導入することによって塑性変形させ、さらに、絶対温度において融点の半分以上の高温で熱処理することにより該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線上に配列して導入することによって塑性変形させ、さらに、絶対温度において融点の半分以上の高温で熱処理することにより該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線上に配列して導入し、さらに、該単結晶材料の表面から拡散処理により転位に沿って金属元素を拡散させること

20 形させ、さらに、絶対温度において融点の半分以上の高温で熱処理することにより該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線上に配列して導入し、さらに、該単結晶材料の表面から拡散処理により転位に沿って金属元素を拡散させること

1      を特徴とする請求の範囲第3項記載の量子細線デバイスの作製方法。

7. セラミックスまたは金属の単結晶材料を単一すべりが活動する方位から脆性-延性以上の温度から融点近傍までの温度範囲内で圧縮することによって塑性変形させ、さらに、絶対温度において融点の半分以上の高温で熱処理することにより

5      該単結晶材料の内部に高密度転位を一次元に直線上に配列して導入し、さらに、該単結晶材料を焼鈍またはケミカルエッチングすることにより高密度転位に沿ってナノホールを形成することを特徴とする請求の範囲第4項記載の薄膜デバイスの作製方法。

1 0

1 5

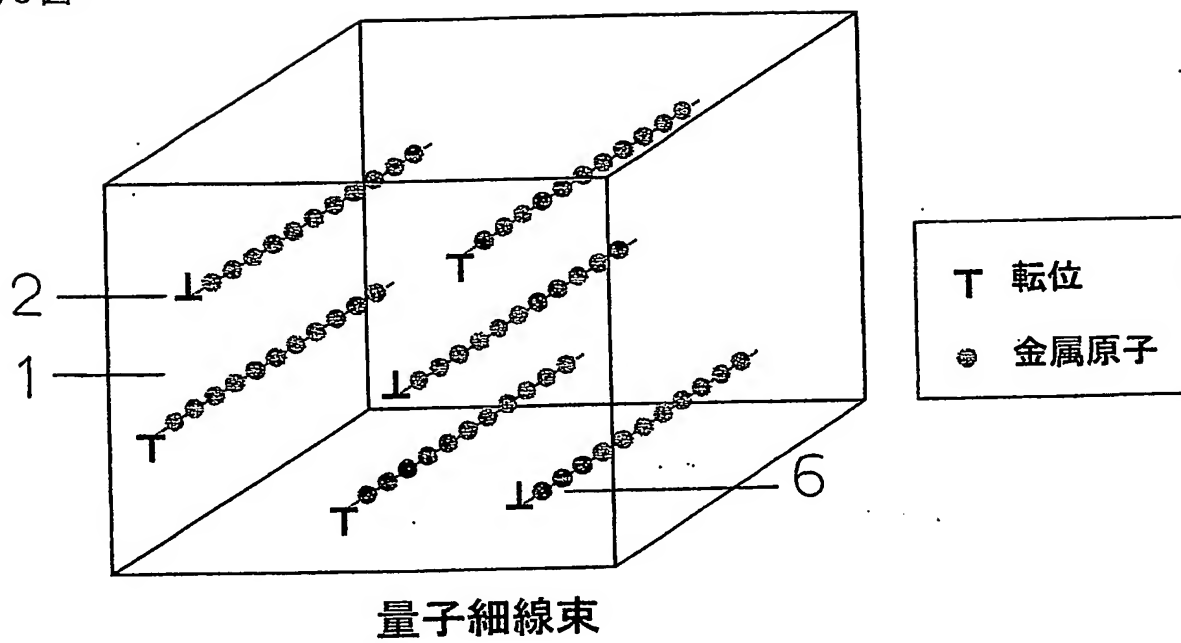
2 0



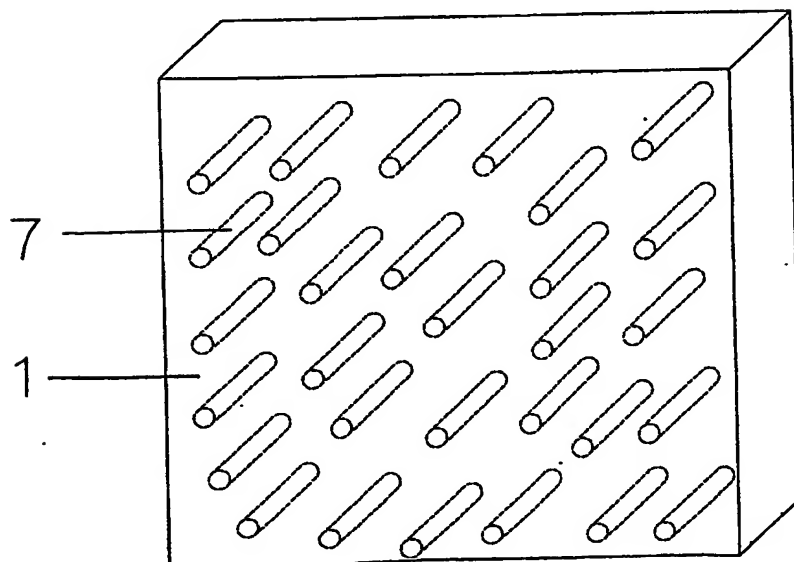


2/4

第3図

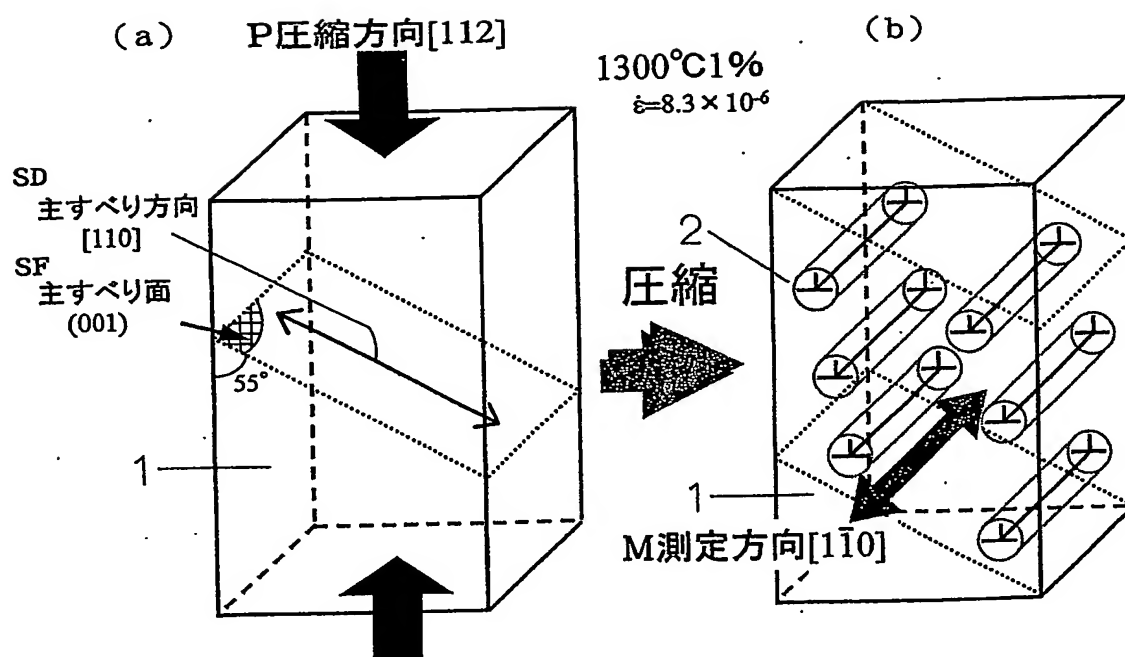


第4図

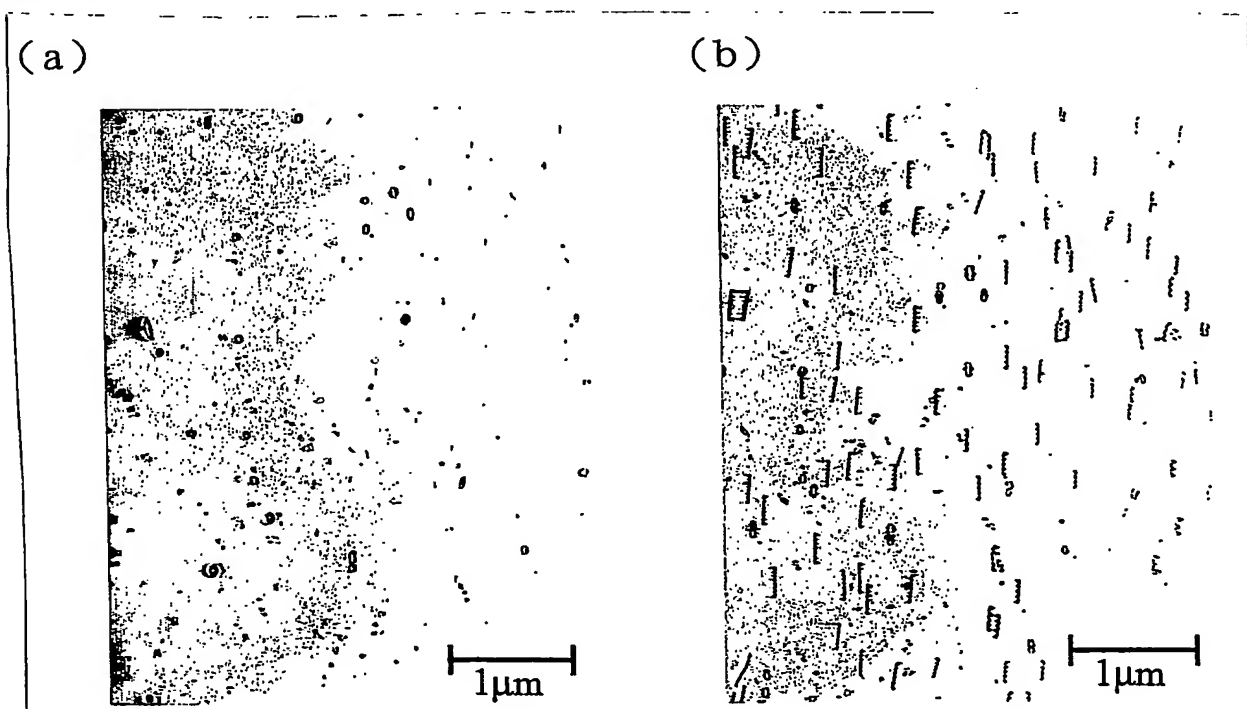


3/4

第5図

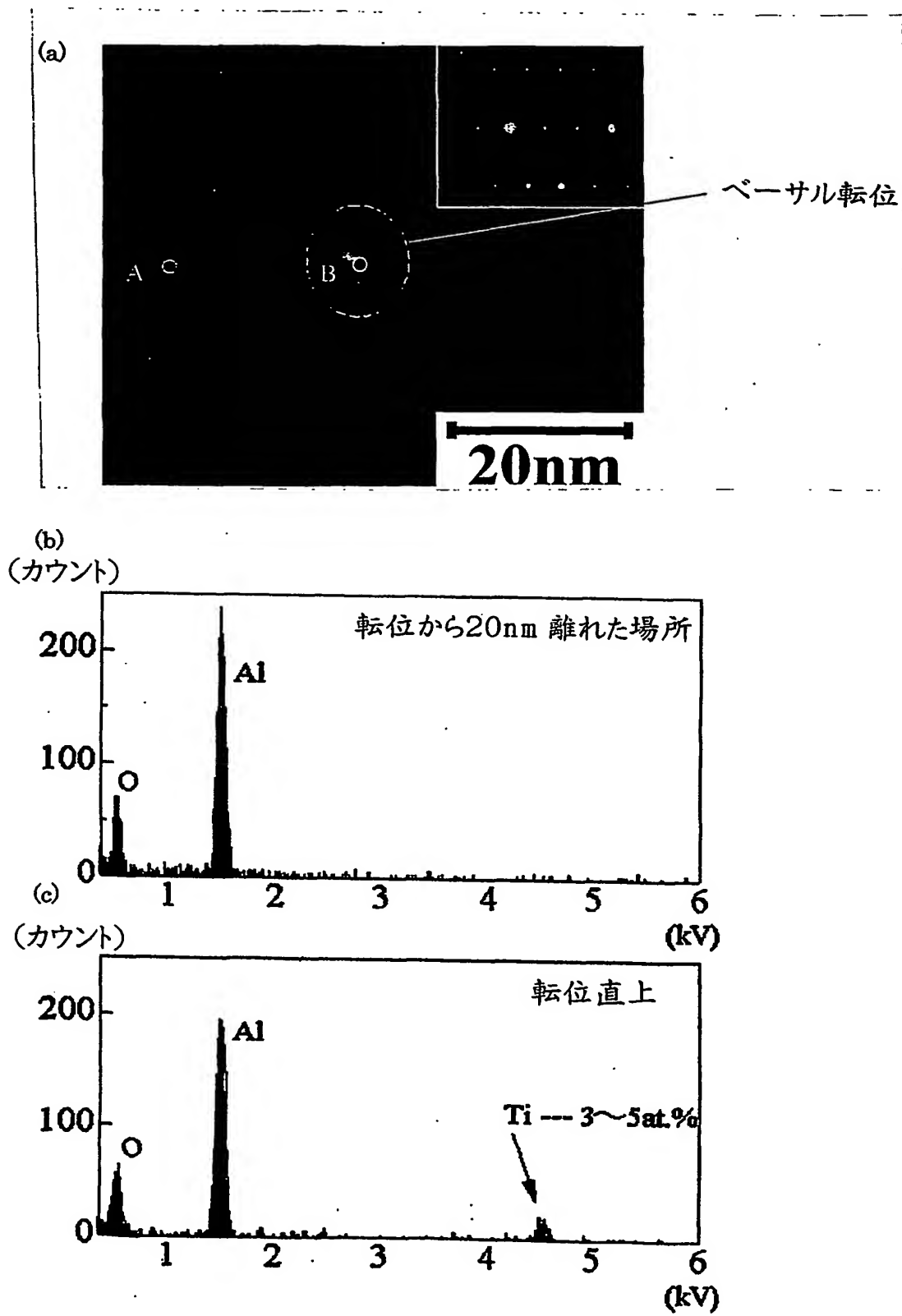


第6図



4/4

第7図



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/05062

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C30B29/16, C30B33/00, H01L29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C30B1/00-35/00, H01L29/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAS ONLINE, JSTPlus

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	Atsunori NAKAMURA et al., "Asshuku Henkei Sareta $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Tankessho no Ten'i Soshiki", Tokyo Daigaku Kogakubu Sogo Shikensho Nenpo, Oct. 2000, Vol.59, pages 159 to 164, 2.experimental method, page 161, right column, lines 17 to 25	1, 5 2-4, 6-7
X A	Atsunori NAKAMURA et al., "Sapphire ni Okeru basal Ten'i no HRTEM Kansatsu to Suberi Kyodo Kaiseki", Nihon Ceramics Kyokai, Dai 20 Kai Koon Zairyo Kiso Toronkai Koen Yoshishu, 25 October, 2001 (25.10.01), pages 48 to 50, full text	1, 5 2-4, 6-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
06 June, 2003 (06.06.03)Date of mailing of the international search report  
24 June, 2003 (24.06.03)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. <sup>7</sup> C30B29/16, C30B33/00, H01L29/06

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. <sup>7</sup> C30B1/00-35/00, H01L29/06

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2003年

日本国登録実用新案公報 1994-2003年

日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE, JSTPlus

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	中村篤智 他, 圧縮変形された $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 単結晶の転位組織, 東京大学工学部総合試験所年報, Oct. 2000, Vol. 59, pp. 159-164 2. 実験方法, 第161頁右欄第17-25行	1, 5 2-4, 6-7
X A	中村篤智 他, サファイアにおけるbasal転位のHRTEM観察とすべり挙動解析, 日本セラミックス協会第20回高温材料基礎討論会講演要旨集, 2001. 10. 25, pp. 48-50 全文	1, 5 2-4, 6-7

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に関する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06. 06. 03

国際調査報告の発送日

24.06.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

横山 敏志

4G

2927

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**